# PRODUCTION OF POLARIZING FILM EXCELLENT IN DURABILITY

Patent number:

JP8327823

**Publication date:** 

1996-12-13

Inventor:

TSUMURA YUSUKE; TOMORI MASAHIKO; KAWAGUCHI SEIYA

Applicant:

NIPPON SYNTHETIC CHEM IND CO LTD:THE

Classification:

- international:

G02B5/30; B29C55/04; C08J5/18

- european:

Application number: JP19960048143 19960209

Priority number(s):

#### Abstract of JP8327823

PURPOSE: To obtain a polarizing film excellent in durability by using a polyvinyl alcohol resin of a high poly degree and controlling the reduction rate of the film width to a specific range when the resin film is stretched CONSTITUTION: At the time of forming a polyvinyl alcohol resin film having >=2600 average polymn. degre uniaxially stretching it to obtain a polarizing film, the film is uniaxially stretched at least during the film is trea boron compd. and is uniaxially stretched in such a manner that the film width after stretching is <=60% of th width before stretching. In a conventional method of uniaxial stretching of a polyvinyl alcohol film, shrinkage width direction of a film is prevented as much as possible from the viewpoint of productivity. However, by the invention, shrinkage in the width direction is controlled to a specific range contrary to a conventional methoc stretch a film with the specific range, roll stretching or other method is used, and if roll stretching is used, on multistep rolling can be used.

## (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平8-327823

(43)公開日 平成8年(1996)12月13日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別配号	内整理番号	FI			技術表示箇所
G 0 2 B 5/30		•	G02B	5/30		
B 2 9 C 55/04	76	39-4F	B29C 5	5/04		
CO8J 5/18	CEX	•	C 0.8 J	5/18	CEX	
# B 2 9 K 29:00						
B 2 9 L 7:00		•				
•		審査請求	有 請求項	fの数1 FD	(全 4 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号 特願平8-48143 (62)分割の表示 特願平1-76295の分割 (22)出願日 平成1年(1989)3月27日			(71)出願人	000004101 日本合成化学工業株式会社 大阪府大阪市北区野崎町9番6号		
	•		(72)発明者	津村 雄右		

ルムイン 城東421号 (72)発明者 川口 誠也

大阪府大阪市西区南堀江4-7-1201

大阪府大阪市城東区放出西3-15-23 カ

大阪府枚方市香里ケ丘8-31-1

(72)発明者 登森 賢彦

## (54) 【発明の名称】 耐久性の優れた偏光フィルムの製造法

### (57)【要約】

【課題】 耐久性に優れ且つ高偏光度を有する偏光フイ ルムの製造法を提供すること。

【解決手段】 平均重合度2600以上のポリピニルア ルコール系樹脂フイルムを製膜した後、一軸延伸して偏 光フィルムを製造するに当たり、少なくともホウ素化合 物での処理中に一軸延伸し、延伸後のフイルム巾が延伸 前のフイルム巾の60%以下になるように、一軸延伸す る偏光フイルムの製造法。

#### 【特許請求の箆囲】

【請求項1】 平均重合度2600以上のポリビニルア ルコール系樹脂フイルムを製膜した後、一軸延伸して偏 光フィルムを製造するに当たり、少なくともホウ素化合 物での処理中に一轴延伸し、延伸後のフイルム巾が延伸 前のフイルム巾の60%以下になるように、一軸延伸す ることを特徴とする耐久性の優れた偏光フイルムの製造 井.

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は耐久性に優れ且つ高 **偏光度を有する偏光フイルムの製造法に関する。** 

#### [0002]

【従来の技術】近年、卓上電子計算機、電子時計、ワー プロ、自動車や機械類の計器類等に液晶表示装置が用い られ、これに伴い偏光板の需要も増大している。特に、 **計器額や台所まわりの家庭電化製品においては苛酷な条** 件下で使用される場合が多いので高耐久性及び高偏光度 のフイルムが要請されるのである。現在、知られている 代表的な偏光フィルムの一つにポリビニルアルコール系 20 フイルムにヨウ素を染色させたものと染料を染色させた ものがあり、これはポリピニルアルコールの水溶液を製 膜し、これを一軸延伸させて染色するか、染色した後一 軸延伸してから、好ましくはホウ素化合物で耐久化処理 を行うことによって製造されている。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記のポリビ ニルアルコール系偏光フイルムの場合、ヨード染色品は 偏光性能は良好であるが耐湿性や耐熱性が劣り、高温度 雰囲気下や高熱雰囲気下にさらされると偏光度の低下い 30 わゆる耐久性が劣る難点があり、一方染料染色品は逆に **偏光性能は劣るが耐久性は優れているという利点を持っ** ている。このようにポリピニルアルコール系個光フイル ムは一長一短があるので、その最終用途の必要性能に応 じて適宜使い分けることが余儀なくされるのが実情であ る。従って、偏光性能と耐久性のいずれもが優れたポリ ピニルアルコール系信光フイルムが開発出来れば、その 用途の拡大を含めて産業上極めて有用であると言える。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】本発明者等はかかる問題 40 を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、平均重合度260 0以上のポリピニルアルコール系樹脂フイルムを製膜し た後、一軸延伸して個光フィルムを製造するに当たり、 少なくともホウ素化合物での処理中に一軸延伸し、延伸 後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の60%以下にな るように、一軸延伸する場合、目的が達成できることを 見いだし本発明を完成するに到った。尚、偏光フィルム 製造中に2回以上の一軸延伸が行われる場合は、最後の 延伸工程の延伸後のフィルム巾が最初の延伸工程の延伸

のである。本発明のかかる効果は上記したようにポリビ ニルアルコールとして高重合度品を用いること、特定の 延伸条件を採用することによって得られるものである。 [0005]

[発明の実施の形態] 以下本発明を具体的に説明する。 本発明の個光フイルムは、ポリピニルアルコール系樹脂 フイルムの一軸延伸フイルムである。ポリピニルアルコ ルは通常、酢酸ビニルを重合したポリ酢酸ビニルをケ ン化して製造されるが、本発明では必ずしもこれに限定 されるものではなく、少量の不飽和カルポン酸(塩、エ ステル、アミド、ニトリル等を含む)、オレフィン類、 ピニルエーテル類、不飽和スルホン酸塩等、酢酸ビニル と共重合可能な成分を含有していても良い。ポリピニル アルコールにおける平均ケン化度は85~100モル %、好ましくは98~100モル%が実用的である。

【0006】本発明の効果を得るためには平均重合度が 2600以上、好ましくは3500~5000が有利で ある。2600未満では顕著な効果は得難い。該ポリビ ニルアルコールは公知の方法に従って契膜される。かか る方法としてはポリピニルアルコールを水、有機溶剤、 水/有機溶剤混合溶剤等に溶解し流延する方法が一般的 である。溶液の浪度は5~20重量%程度が実用的であ る。その他ポリピニルアルコールの溶液を凝固浴中に導 入してフイルム化する、いわゆるゲル製膜法等も実施可 能である。原反フイルムとしてその膜厚は40~120 μが適当である。

【0007】上記の原反フイルムを染色、延伸及びホウ 素化合物処理して偏光フイルムを製造する。即ちポリピ ニルアルコール原反フイルムをヨウ素染色した後、延伸 と同時にホウ素化合物処理するのである。本発明では、 少なくともホウ素化合物処理中に延伸すればよく、必要 に応じて更にヨウ素染色する前に延伸したり、染色と同 時に延伸したり、ヨウ素染色した後に延伸したりして、 2回以上延伸(多段延伸)することもできる。

[0008] 一段延伸あるいは多段延伸等、いずれの手 段を実施するにしても、本発明では延伸過程において、 延伸後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の60%以 下、好ましくは40~55%になるように一軸延伸しな ければならない。尚、多段延伸の場合は、前述したよう に最後の延伸工程の延伸後のフイルム巾を最初の延伸工 程の延伸前のフイルム巾の60%以下になるようにする のである。このようにフイルムの巾方向の長さの減少率 を、かかる特定の範囲に規定することによって偏光性能 と耐久性の向上が同時に達成できるのである。従来ポリ ピニルアルコールフイルムの一強延伸では、むしろ生産 性の観点からフイルムの巾方向の収縮を出来る限り防止 しようとするのが普通であるが、本発明ではかかる従来 の技術とは逆に巾方向の収縮を特定の範囲にコントロー ルする点に、大きな特徴が存在するのである。かかる節 前 (原反) のフィルム巾の60%以下となるようにする 50 囲に延伸するにはロール延伸等が任意に実施される。ロ

ール延伸は一段式、多段式のいずれも実施可能である。 収縮を 60 %以下にするためには延伸ロール間の距離をかなり長く設定する等の工夫がされる。 延伸は一軸方向に 4 倍以上、好ましくは 6 倍以上延伸することが望ましい。 延伸時の温度条件は  $50 \sim 130$   $\mathbb{C}$  から選ぶのが普通である。

【0009】フイルムへのヨード染色つまり偏光素子の吸着はフイルムに偏光素子を含有する液体を接触させることによって行なわれる。通常はヨウ素-ヨウ化カリの水溶液が用いられ、ヨウ素の設度は $0.1\sim2$  g/l、ヨウ化カリの設度は $10\sim5$  0 g/l、ヨウ素/ヨウ化カリの重量比は $20\sim1$ 00が適当である。染色時間は $30\sim5$ 00秒程度が実用的である。水溶媒以外に水と相溶性のある有機溶媒を少量含有させても差し支えない。接触手段としては浸漬が好ましいが、塗布、噴霧等の任意の手段も適用出来る。

【0010】 染色の終了したフイルムは次いで上記の如き延伸をしつつホウ素化合物によって処理される。ホウ素化合物としてはホウ酸、ホウ砂が実用的である。ホウ素化合物は水溶液又は水ー有機溶媒混合液の形で過度0.5~2モル/1程度で用いられ、液中には少量のヨウ化カリを共存させるのが実用上望ましい。処理法は浸渍法が望ましいが勿論塗布法、噴霧法も実施可能である。処理時の温度は50~70℃程度、処理時間は5~20分程度が好ましく、又、必要に応じて処理後に延伸操作を行っても良い。

【0011】このようにして得られた偏光フイルムは、その両面あるいは片面に光学的透明度と機械的強度に優れた保護膜を貼合、乾燥して偏光板として使用される。保 段膜としては従来から知られているセルロースアセテ 30ート系フイルム、アクリル系フイルム、ポリエステル系機脂フイルム、ポリオレフィン系樹脂フイルム、ポリカーポネート系フイルム、ポリエーテルエーテルケトン系フイルム、ポリスルホン系フイルムが挙げられる。

【0012】かくして本発明の偏光フイルムは高温、高温状態での耐久性が改善され長期間放置してもその偏光度が低下しない。かかる特性を利用して液晶表示体の用途に用いられ、特に車両用途、各種工業計器類、家庭用電化製品の表示等に有用である。

#### [0013]

【実施例】次に実例をあげて本発明の偏光フイルムを更に詳しく説明する。尚、本発明で言う偏光度は〔(H11ーH1)/ (H11+H1)〕 1/2 で示され、H11は2枚の偏光フイルムサンプルの重ね合わせ時において、偏光フイルムの配向方向が同一方向になる様に重ね合わせた状態で分光光度計を用いて測定した値、H1は2枚のサンプルの重ね合わせ時において、偏光フイルムの配向方向が互いに直交する方向になる様に重ね合わせた状態で測定した値である。

【0014】 実施例1

平均重合度3800、平均ケン化度99.5モル%のポ リピニルアルコールを水に溶解し、5.0重量%浪度の 水溶液を得た。該液をポリエチレンテレフタレートフイ ルム上に流延後、乾燥して膜厚60μのフイルムを得 た。このフイルムを10cm巾に切断しチャックに装着し た。該フイルムをヨウ素0.2g/1、ヨウ化カリ50 g/1よりなる水溶液中に30℃にて120秒浸液し、 ついでホウ酸60g/1、ヨウ化カリ30g/1の組成 の水溶液に浸液すると共に、同時に6倍に一軸延伸しつ つ5分間にわたってホウ酸処理を行った。 最後に室温で 2 4時間乾燥した。得られたフイルムの膜厚は25μ、 巾は5cmでフイルム巾の減少率(以下単に減少率と略記 する)は50%であった。該フイルムの両面にポリビニ ルアルコール水溶液を接着剤として用いて膜厚80μの トリアセチルセルロースを貼着し、50℃で乾燥して偏 光板を得た。この偏光板の単体透過率は43.05%、 **偏光度は99.89%であった。更にこのフイルムを6** 0℃、相対温度90%の雰囲気中に20日間放置した後 同様の測定を行ったところ、単体透過率は43.08 %、 偏光度は99. 43%であった。又、80℃でドラ イ雰囲気下で20日放置して、耐熱テストを行ったとこ ろ、単体透過率は43.05%、偏光度は99.87% であった。

#### 【0015】対照例1

平均重合度1700、平均ケン化度99.8モル%のポリビニルアルコールを用いて実施例1と同一の実験を行った。製造直後の偏光板の単体透過率は43.19%、偏光度は99.14%であり、60℃、相対湿度90%、放置日致20日間後の単体透過率は44.83%、偏光度は95.89%であった。耐熱テスト後の単体透過率は44.82%、偏光度は95.87%であった。

フイルム巾の減少率を70%に変更した以外は実施例1と同じ実験をした。製造直後の単体透過率は43.26%、偏光度は99.36%、60℃、相対温度90%、放置日数20日間後の単体透過率は44.88%、偏光度は97.66%であった。耐熱テスト後の単体透過率は44.87%、偏光度は97.64%であった。

## [0017] 実施例2

40 平均重合度4500、平均ケン度99.3モル%のポリビニルアルコールを用いた以外は実施例1と同一の実験を行った。製造直後の偲光板の単体透過率は44.05%、個光度99.78%であり、60℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は44.88%、個光度は97.45%であった。耐熱テスト後の単体透過率は44.05%、偏光度は99.76%であった。

## 【0018】実施例3

平均重合度3000、平均ケン度99.5モル%のポリ ビニルアルコールを用いた以外は実施例1と同一の実験 50 を行った。製造直後の偏光板の単体透過率は42.78 5

%、偏光度99.88%であり、60℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は43.08%、 偏光度は99.78%であった。耐熱テスト後の単体透 過率は42.68%、偏光度は99.82%であった。 【0019】実施例4~5 \*実施例1においてフイルムの巾の減少率を46%(6.5倍延伸)[実施例4]及び53%(5.4倍延伸) [実施例5]に変更した以外は同じ実験を行った。結果 は次の通りであった。

## 実施例4

## 実施例5

 単体透過率
 偏光度
 単体透過率
 偏光度

 製造直後
 43.14%
 99.89%
 43.24%
 99.23%

 耐久テスト後
 43.74%
 99.45%
 44.53%
 98.74%

 耐熱テスト後
 43.14%
 99.87%
 43.24%
 99.22%

[0020]

【発明の効果】本発明では高重合度のポリビニルアルコ ール系樹脂を使用し、かつ該樹脂フイルムを延伸する際 にフイルムの巾の減少率を特定の範囲に規定することに よって、耐久性の優れた偏光フイルムが得られる。

#### フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号 庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

B29L 11:00 C08L 29:04